

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2005 年 9 月 29 日 (29.09.2005)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2005/090249 A1

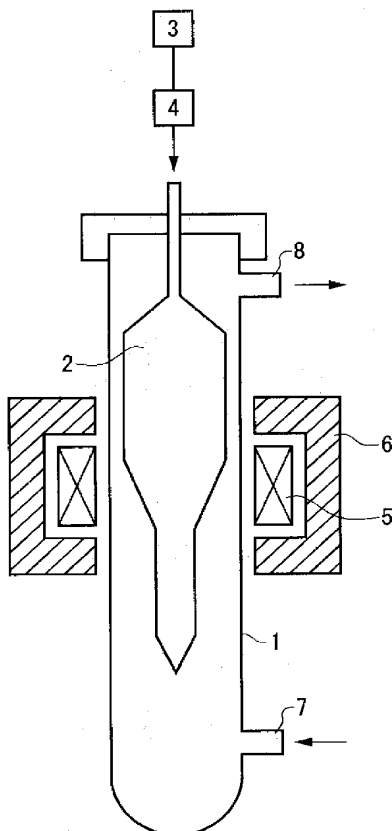
- (51) 国際特許分類: C03B 37/014, 8/04
 (21) 国際出願番号: PCT/JP2005/003922
 (22) 国際出願日: 2005 年 3 月 7 日 (07.03.2005)
 (25) 国際出願の言語: 日本語
 (26) 国際公開の言語: 日本語
 (30) 優先権データ:
 特願2004-078168 2004 年 3 月 18 日 (18.03.2004) JP
 (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 信越化学工業株式会社 (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.) [JP/JP]; 〒1000004 東京都千代田区大手町二丁目 6 番 1 号 Tokyo (JP).
 (72) 発明者; および
 (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 吉田 真

- (YOSHIDA, Makoto) [JP/JP]; 〒3140116 茨城県鹿島郡神栖町奥野谷浜野 6 1 7 0-2 7 信越化学工業株式会社内 Ibaraki (JP). 神尾 剛 (KAMIO, Takeshi) [JP/JP]; 〒3140116 茨城県鹿島郡神栖町奥野谷浜野 6 1 7 0-2 7 信越化学工業株式会社内 Ibaraki (JP). 小出 弘行 (KOIDE, Hiroyuki) [JP/JP]; 〒3140116 茨城県鹿島郡神栖町奥野谷浜野 6 1 7 0-2 7 信越化学工業株式会社内 Ibaraki (JP).
 (74) 代理人: 龍華 明裕 (RYUKA, Akihiro); 〒1600022 東京都新宿区新宿 1 丁目 2 4 番 1 2 号 東信ビル 6 階 Tokyo (JP).
 (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT,

[続葉有]

(54) Title: METHOD AND EQUIPMENT FOR SINTERING POROUS GLASS BASE MATERIAL

(54) 発明の名称: 多孔質ガラス母材の焼結方法及び焼結装置



(57) Abstract: A method and equipment for sintering a porous glass base material which do not cause displacement of the core or elliptical deformation of the outer circumference of the base material. When it is dehydrated and turned into transparent glass by being sintered. The sintering method of a porous glass base material for sintering a rod-like porous glass base material by passing it through a heating furnace while being suspended, characterized in that the porous glass base material is lowered into the heating furnace where the temperature is raised to a sintering point, each part of the porous glass base material is passed through a preheating region from the upper end of the heat insulating material of the heating furnace body to the upper end of a heater over 4.5 hr or longer and then sintered by means of the heater to produce transparent glass.

(57) 要約: 多孔質ガラス母材を焼結して脱水及び透明ガラス化処理する際、コアの偏芯や母材外周の楕円化を起こさないで焼結する多孔質ガラス母材の焼結方法及び焼結装置を提供する。即ち、本発明は、棒状の多孔質ガラス母材を吊り下げ、加熱炉内を通過させることにより焼結する多孔質ガラス母材の焼結方法において、該多孔質ガラス母材を焼結温度に昇温された加熱炉内に引下げ、多孔質ガラス母材の各部位を、加熱炉体の断熱材上端からヒーター上端に至る予熱領域を 4.5 hr 以上かけて通過させた後、ヒーターで焼結し透明ガラス化することを特徴とする。

WO 2005/090249 A1



LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI,
NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG,
SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US,
UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR),
OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML,
MR, NE, SN, TD, TG).

- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU,

添付公開書類:

— 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

明 細 書

多孔質ガラス母材の焼結方法及び焼結装置

技術分野

- [0001] 本発明は、光ファイバの原材となる多孔質ガラス母材を焼結して脱水及び透明ガラス化する多孔質ガラス母材の焼結方法及び焼結装置に関する。

特願2004-078168 出願日 2004年3月18日

背景技術

- [0002] 光ファイバの原材である多孔質ガラス母材は、気相軸付け法(VAD法)や外付け蒸着法(OVD法)によりガラス微粒子を堆積させることにより形成され、その後、脱水反応用ガス及び不活性ガスの流入されている炉心管内に挿入され、加熱領域を通過させることによって焼結され、脱水及び透明ガラス化処理がなされる。このようにして、コアとクラッドからなる光ファイバ用ガラス母材が製造される。さらに、光ファイバ化に際して、線引きに適した径に延伸し縮径して光ファイバ用プリフォームとした後、線引機にかけられ、光ファイバとされる。
- [0003] 従来、多孔質ガラス母材の焼結に際して、脱水及び透明ガラス化処理に必要な熱エネルギーは、脱水反応用ガス及び不活性ガスの流量、加熱領域の通過速度、さらに加熱領域の加熱源温度等を多孔質ガラス母材に溶け残り部分が生じないように、かつガラス母材が伸びない範囲で設定され、多孔質ガラス母材に供給されていた。
- [0004] このとき、供給する熱エネルギー量が不十分であると、棒状の多孔質ガラス母材の表層部と内部との温度差が大きい状態で熔融ガラス化が始まり、径方向断面積内において同心円状にガラス化が進行せず、ガラス化された部位とガラス化されていない部位とが、径方向に中心軸に対して非対称に混在するようになる。このガラス化されていない部位が遅れてガラス化され収縮する際には、すでにガラス化されて低粘度となっている付近のガラスを引き込んで不均一に収縮する結果、コアがガラス母材の軸中心からずれ偏芯を生じる。
- [0005] 僅かでも偏芯すると、この偏芯のために熱エネルギーの供給がますます不均一となり、外周の楕円化が誘発される。このように、いったん偏芯や楕円化が生じると、さら

に表面から内部への熱エネルギーの供給が径方向に不均一となり、不均一な収縮が連続して発生する状態で焼結が進行するため、プリフォーム全体が偏芯したり、楕円化してしまっていた。

[0006] このようなプリフォームを線引きして得られる光ファイバは、偏芯したり、楕円化している。このため、光ファイバ同士を端面で接着あるいは融着して接続すると、コアやクラッドの接合面での形状の相違、コアの軸芯のずれ、コア径の相違のために、接続損失を生じる。

[0007] 光ファイバ用ガラス母材の偏芯や楕円化を低減する方法として、特許文献1で提案されている方法は、多孔質ガラス母材の焼結前半部での引下速度を焼結後半部よりも遅くする方法である。しかしながら、この方法では、ガラス母材の長手方向全体にわたって、安定して偏芯と楕円を低減することは困難である。

特許文献1:特開2000-256020号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0008] 本発明は、上記課題を解決するためになされたものであり、多孔質ガラス母材を焼結して脱水及び透明ガラス化処理する際、コアの偏芯や母材外周の楕円化を起こさないで焼結する多孔質ガラス母材の焼結方法及び焼結装置を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0009] 本発明の多孔質ガラス母材の焼結方法は、棒状の多孔質ガラス母材を吊り下げ、加熱炉内を通過させることにより焼結する多孔質ガラス母材の焼結方法において、該多孔質ガラス母材を焼結温度に昇温された加熱炉内に引下げ、多孔質ガラス母材の各部位を、加熱炉体の断熱材上端からヒーター上端に至る予熱領域を4.5hr以上かけて通過させた後、ヒーターで焼結し透明ガラス化することを特徴としている。

[0010] また、本発明の多孔質ガラス母材の焼結装置は、棒状の多孔質ガラス母材を吊り下げ、加熱炉内を通過させることにより焼結する多孔質ガラス母材の焼結装置において、加熱炉内に引下げられた多孔質ガラス母材の各部位が、加熱炉体の断熱材上端からヒーター上端に至る予熱領域を4.5hr以上かけて通過するように、断熱材

の長さが設定されていることを特徴としている。

発明の効果

- [0011] 本発明の多孔質ガラス母材の焼結方法によれば、コアの偏芯や母材外周の楕円化が抑制された高品質な光ファイバ用プリフォームが得られ、これを線引きすることにより、接続損失の少ない高品質の光ファイバを製造することができる。

図面の簡単な説明

- [0012] [図1]多孔質ガラス母材の焼結装置の一例を示す概略縦断面図である。
[図2]実施例1における多孔質ガラス母材の予熱領域の通過時間と偏芯率・楕円率との関係を示すグラフである。
[図3]実施例2における多孔質ガラス母材の予熱領域の通過時間と偏芯率・楕円率との関係を示すグラフである。

符号の説明

- [0013] 1 炉芯管、
2 多孔質ガラス母材、
3 速度制御装置、
4 把持駆動機構、
5 ヒーター、
6 断熱材、
7 ガス導入管、
8 排気管。

発明を実施するための最良の形態

- [0014] 以下、発明の実施形態を通じて本発明を説明するが、以下の実施形態は請求の範囲に係る発明を限定するものではなく、また実施形態の中で説明されている特徴の組み合わせの全てが発明の解決手段に必須であるとは限らない。
- [0015] 本発明は、上記課題を解決したものであり、すなわち、棒状の多孔質ガラス母材を焼結温度に昇温された加熱炉内を通過させて焼結し、透明ガラス化する際、多孔質ガラス母材の各部位が加熱炉体の断熱材上端からヒーター上端に至る予熱領域を4

．5hr以上かけて通過させた後、ヒーターで熔融ガラス化することを特徴としている。

[0016] 本発明においては、上記予熱領域を4. 5hr以上かけて通過させることにより、ヒーターの加熱領域で外側のガラス化が始まる時には、多孔質ガラス母材は、十分に中心部まで予熱されている状態、つまり、径方向断面積内での温度差が小さく、径方向で均一な温度分布になっている。このため、ガラス化収縮時の偏肉量が少なくなり、偏芯や外周の楕円化を伴わず、均質に熔融ガラス化が行われる。

[0017] 予熱領域の通過時間が4. 5hr未満では、中心まで十分に予熱されない状態で、つまり、径方向断面積内での温度差が大きく、不均一な温度分布状態で外周部のガラス化が始まってしまうため、熔融ガラス化に伴う収縮時の偏肉量が多くなり、コアの偏芯や外周の楕円化が発生する。

[0018] なお、予熱領域を4. 5hr以上かけて通過させるために、多孔質ガラス母材の引下速度を調整してもよく、あるいは断熱材の長さを調整してもよい。断熱材の長さを調整する場合、加熱炉体の上部全体を断熱材で覆ってもよく、この場合、生産性を犠牲にすることなく、コアの偏芯や外周の楕円化を起こさないで熔融ガラス化することができる。

[0019] このように、本発明の多孔質ガラス母材の焼結方法によれば、コアの偏芯や外周の楕円化の極めて抑制された高品質の光ファイバプリフォーム得られ、これを線引きすることで接続損失の極めて小さな光ファイバが得られる。

実施例

[0020] (実施例1)

本発明の焼結方法について、以下の実施例に基づき図面を用いてさらに詳細に説明する。

図1に焼結装置の一例を示した。炉芯管1内には棒状の多孔質ガラス母材2が、引下速度を制御する速度制御装置3に接続された把持駆動機構4を介して吊り下げられ、ヒーター5と断熱材6からなる加熱炉が炉芯管1と同軸に配設されている。なお、符号7は、塩素ガスなどの脱水反応用ガスやヘリウムなどの不活性ガスを供給するガス導入管であり、図示を省略した供給源に接続されている。符号8は、排気管である。

[0021] 多孔質ガラス母材の焼結は、以下のようにして実施される。

棒状の多孔質ガラス母材2は、外付け蒸着法によりガラス微粒子を堆積させたものを用いた。塩素ガスとヘリウムガスをガス導入管7から供給した。塩素ガスとヘリウムガスは混合されて、炉心管1内に導入され、炉心管1内に充満する。ヒーター5により加熱領域が加熱される。

[0022] 多孔質ガラス母材2は、速度制御装置3で引下速度が制御され、把持駆動機構4により軸回転しながら、低速で降下してヒーターの加熱領域を通過する。これにより多孔質ガラス母材2は、焼結され、脱水及び透明ガラス化処理が施される。

[0023] 上記に従って、5本の多孔質ガラス母材を以下の5条件で焼結した。

5本の多孔質ガラス母材は、いずれも外径250mmで、質量80kgのものを用い、焼結時の多孔質ガラス母材の引下速度をそれぞれ1.68、1.58、1.48、1.28、1.08mm/minとした。ヒーター5の温度は、多孔質ガラス母材に熔け残りが発生せず、伸びない温度である1500℃に設定した。

[0024] 焼結されたプリフォームの偏芯と楕円率の評価は、次のようにして行った。

偏芯の程度を示す指標としては、コアの軸芯とプリフォームの中心軸とのずれ量をプリフォームの直径で除した値を偏芯率とした。楕円化の程度を示す指標は、プリフォームの長径と短径との差をプリフォームの直径で除した値を楕円率とした。このように定義した偏芯と楕円率を、プリフォームの有効部を10mm間隔で測定し、その最大値を示した。なお、加熱炉の断熱材上端からヒーター上端に至る予熱領域の長さをA(mm)とし、引下速度から予熱領域を通過する時間を求めた。

[0025] 以上、5本の多孔質ガラス母材について得られた結果を、以下の表1にまとめて示した。

表1から明らかなように、予熱領域の通過時間を4.5hr以上にすると、偏芯率、楕円率ともに0.1%以下に改善された。

[0026] [表1]

A	mm	400	400	400	400	400
引下速度	mm/min	1.68	1.58	1.48	1.38	1.28
通過時間	hr	4.0	4.2	4.5	4.8	5.2
偏芯率	%	0.52	0.35	0.09	0.08	0.07
楕円率	%	0.50	0.31	0.08	0.08	0.06

[0027] (実施例2)

実施例1において、引下速度を1.65mm/minに固定し、加熱炉の断熱材の長さ(予熱領域に相当)を400、420、450、500、600mmと変化させた以外は、実施例1と同様にして5本の多孔質ガラス母材を焼結した。その結果を以下の表2に示した。

表2から明らかなように、予熱領域の通過時間を4.5hr以上にすると、偏芯率、楕円率ともに0.1%以下に改善された。さらに通過時間を6.0hrにすることによって0.05%以下に改善された。

[0028] [表2]

A	mm	400	420	450	500	600
引下速度	mm/min	1.68	1.68	1.68	1.68	1.68
通過時間	hr	4.0	4.2	4.5	5.0	6.0
偏芯率	%	0.52	0.29	0.08	0.06	0.02
楕円率	%	0.50	0.25	0.07	0.05	0.01

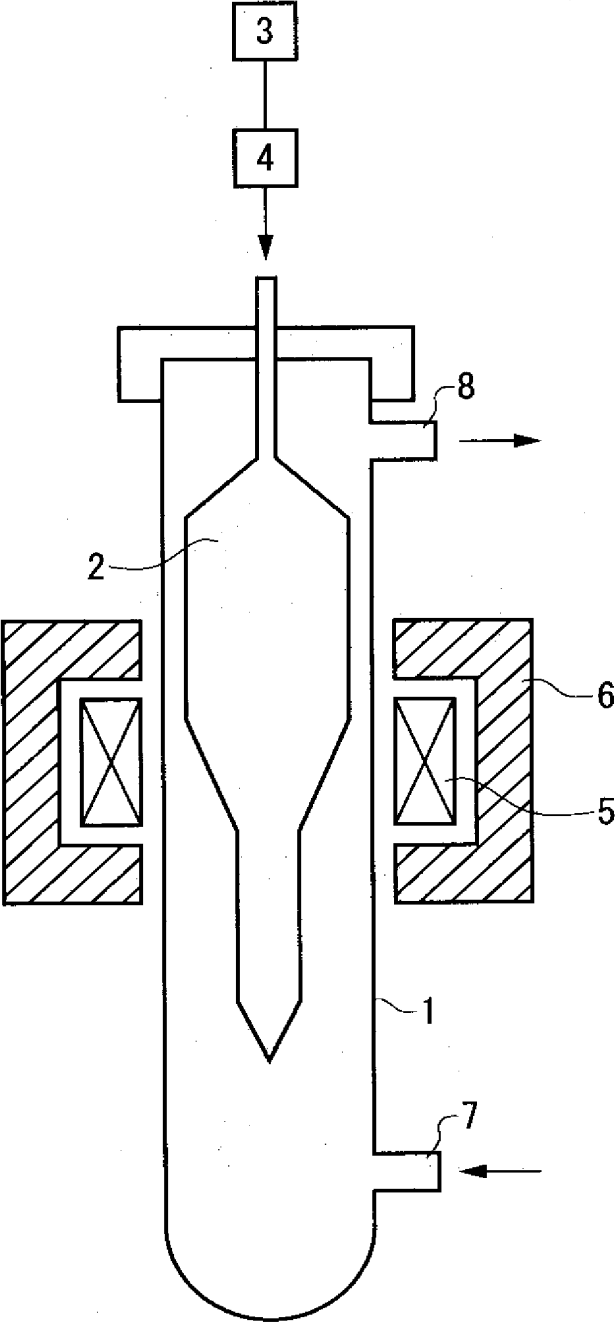
産業上の利用可能性

[0029] 本発明によれば、極めて偏芯率及び楕円率の小さい光ファイバ用プリフォームが得られ、これを線引きすることで接続損失の小さい光ファイバを提供することができる。

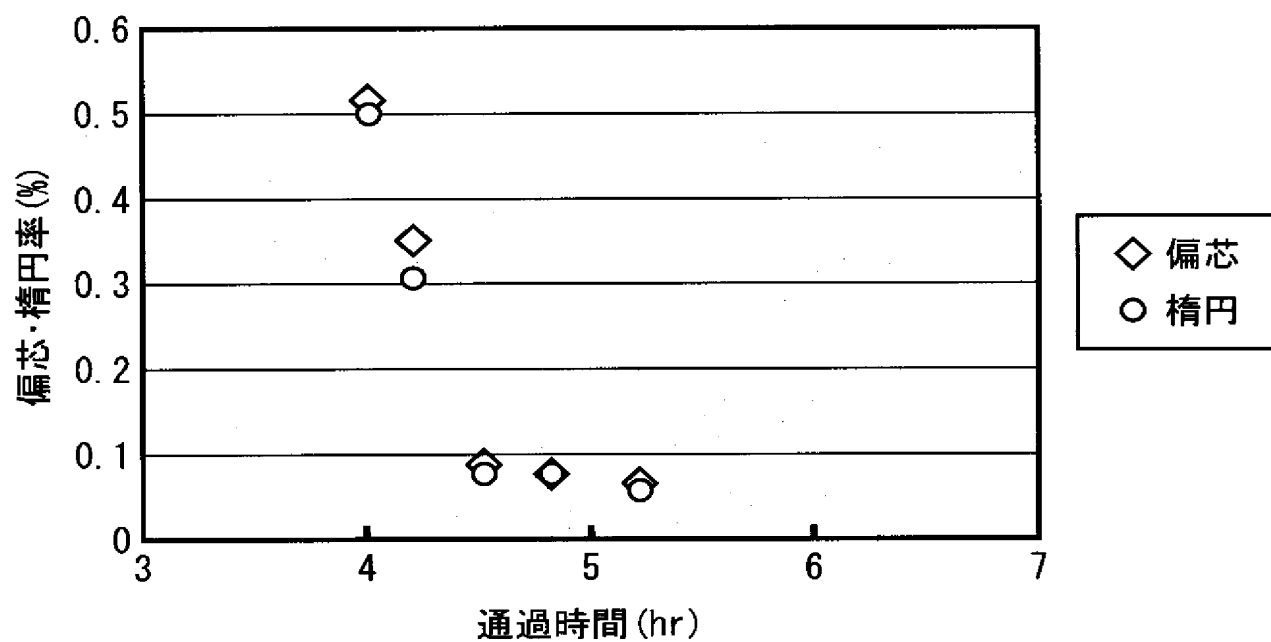
請求の範囲

- [1] 棒状の多孔質ガラス母材を吊り下げ、加熱炉内を通過させることにより焼結する多孔質ガラス母材の焼結方法において、該多孔質ガラス母材を焼結温度に昇温された加熱炉内に引下げ、多孔質ガラス母材の各部位を、加熱炉体の断熱材上端からヒーター上端に至る予熱領域を4. 5hr以上かけて通過させた後、ヒーターで焼結し透明ガラス化することを特徴とする多孔質ガラス母材の焼結方法。
- [2] 棒状の多孔質ガラス母材を吊り下げ、加熱炉内を通過させることにより焼結する多孔質ガラス母材の焼結装置において、加熱炉内に引下げられた多孔質ガラス母材の各部位が、加熱炉体の断熱材上端からヒーター上端に至る予熱領域を4. 5hr以上かけて通過するように、断熱材の長さが設定されていることを特徴とする多孔質ガラス母材の焼結装置。

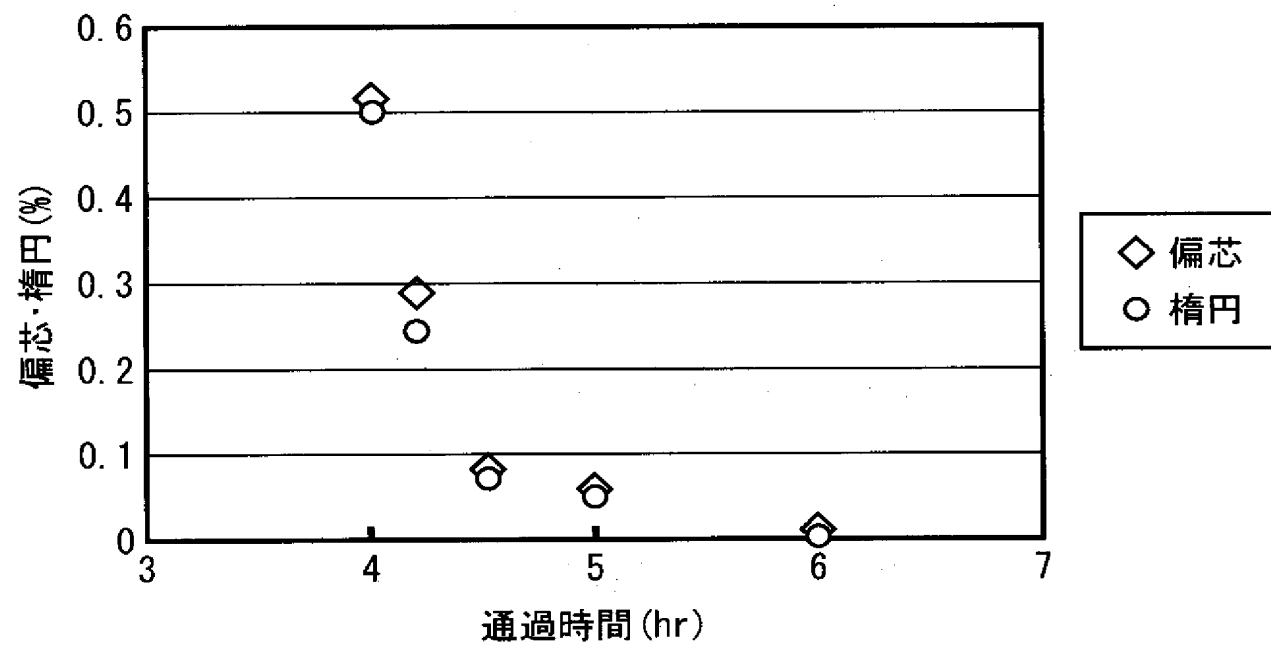
[図1]



[図2]



[図3]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/003922

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl.⁷ C03B37/014, 8/04

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.⁷ C03B37/00-37/16, 8/00-8/04, 20/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2005

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2005 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2005

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2000-219532 A (The Furukawa Electric Co., Ltd.), 08 August, 2000 (08.08.00), Claims; Par. Nos. [0028], [0031]; Fig. 9 & US 6543257 B1	1, 2
A	JP 2000-128563 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 09 May, 2000 (09.05.00), Claims; Par. No. [0018]; Figs. 1, 4 (Family: none)	1, 2
A	JP 2000-264649 A (Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), 26 September, 2000 (26.09.00), Claims; Par. Nos. [0009], [0021]; Fig. 1 & US 6442978 B1 & EP 1035082 A1	1, 2



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
10 May, 2005 (10.05.05)

Date of mailing of the international search report
24 May, 2005 (24.05.05)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/003922

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2000-256020 A (Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.), 19 September, 2000 (19.09.00), Full text & US 6442978 B1 & EP 1035082 A1	1, 2

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl.⁷ C03B37/014, 8/04

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl.⁷ C03B37/00-37/16, 8/00-8/04, 20/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2005年
日本国実用新案登録公報	1996-2005年
日本国登録実用新案公報	1994-2005年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 2000-219532 A (古河電気工業株式会社) 2000.08.08, 特許請求の範囲、【0028】、【0031】、図9 & US 6543257 B1	1, 2
A	JP 2000-128563 A (住友電気工業株式会社) 2000.05.09, 特許請求の範囲、【0018】、図1、4 (ファミリーなし)	1, 2
A	JP 2000-264649 A (信越化学工業株式会社) 2000.09.26, 特許請求の範囲、【0009】、【0021】、図1&US 6442978 B1 & EP 1035082 A1	1, 2

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

10.05.2005

国際調査報告の発送日

24.05.2005

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

大橋 賢一

4 T

3 2 3 4

電話番号 03-3581-1101 内線 3465

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 2000-256020 A (信越化学工業株式会社) 2000.09.19, 全文 US 6442978 B1 & EP 1035082 A1	1, 2